

# GC-MS/MS による農産物中の残留農薬一斉分析法の検討 ( )

内山賢二・中村正規

福岡市保健環境研究所保健科学課

## Simultaneous Determination Method for Pesticide Residues in Agricultural Products by Gas Chromatography with Tandem Mass Spectrometry ( )

Kenji UCHIYAMA and Masanori NAKAMURA

Health Science Division, Fukuoka City Institute for Hygiene and the Environment

### 要約

食品に残留する農薬，飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法（厚生労働省通知食安発第 0124001 号）に示された「GC/MS による農薬等の一斉試験法（農産物）」の分析対象化合物のうち，これまで検討未実施であった 64 化合物（農薬の代謝物および分解物を含む）について GC-MS/MS を用いた農産物中の一斉分析法を検討した．試験溶液は通知法に基づきアセトニトリルで抽出後，グラファイトカーボン/アミノプロピルミニカラムで精製し調製した．定量下限を検討した結果，一律基準である 0.01ppm を満足するものは 60 化合物であった．玄米，大豆，ほうれんそうおよびオレンジに各化合物を 0.10ppm 添加し回収試験を  $n=3$  で行った結果，平均回収率が 70～120% の範囲であったものは玄米で 47，大豆で 37，ほうれんそうで 50，オレンジで 54 化合物であった．また，定量下限が一律基準を満たし，すべての農産物で平均回収率が 50% 以上であったものは 48 化合物で，これらの相対標準偏差（RSD）は概ね 20% 未満であり，ポジティブリスト制度に対応したスクリーニング法として有用であると考えられる．

**Key Words:** ガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計 GC-MS/MS，一斉分析 simultaneous determination，残留農薬 pesticide residue，農産物 agricultural product

### 1 はじめに

平成 18 年 5 月 29 日に食品中に残留する農薬等のポジティブリスト制度が導入され，新たに多くの農薬について暫定基準が設定された．これに伴い，厚生労働省は効率的に検査を実施できるようガスクロマトグラフ・質量分析計（GC-MS）や液体クロマトグラフ・質量分析計（LC-MS）による一斉分析法を通知した<sup>1)</sup>．

GC-MS による分析は一般に選択イオン検出法（SIM）が広く用いられているが，農薬と食品の組み合わせによっては夾雑ピークの影響を受けやすく，ピークの判定が困難となりデータ処理や確認試験に時間を要することが

ある．

そこで，より選択性があり相対感度が高く得られるガスクロマトグラフ・タンデム型質量分析計（GC-MS/MS）を用いた選択反応検出法（SRM）が農薬分析の分野で注目されている．SRM は SIM より選択性が高いため，夾雑ピークの影響を受けにくく，データ処理や確認試験に要する時間の短縮が期待できる測定法である．当所でも，SRM を用いて 217 農薬について，農産物中の一斉分析法を検討しその結果を既に報告している<sup>2),3)</sup>．

今回，通知法<sup>1)</sup>の「GC/MS による農薬等の一斉試験法（農作物）」に示してある対象農薬のうち，検討未実施であった 64 化合物について，GC-MS/MS による農産物中

の一斉分析法を検討したので報告する。

## 2 実験方法

### 2.1 試料

市販の玄米，大豆，ほうれんそうおよびオレンジを用いた。

### 2.2 試薬等

標準品：和光純薬工業（株），林純薬工業（株），Dr.Ehrenstorfer GmbH 社，Riedel de Haën 社製残留農薬分析用を用いた。

標準原液：各標準品を 1000mg/L となるようにアセトンに溶解し調製した。

標準溶液：標準原液を混合し，1mg/L となるようにアセトンで調製後、さらにアセトンおよび n-ヘキサン(1:1) 混液で適宜希釈して使用した。

リン酸水素二カリウムおよびリン酸二水素カリウム：特級試薬を使用した。

0.5mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0)：リン酸水素二カリウム 52.7g およびリン酸二水素カリウム 30.2g を量り採り，水約 500mL に溶解し，1mol/L 塩酸を用いて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 1L とした。

グラファイトカーボン/アミノプロピル (GC/NH<sub>2</sub>) ミニカラム：ジーエルサイエンス社製 InertSep GC/NH<sub>2</sub> (1g/1g) をあらかじめアセトニトリルおよびトルエン (3:1) 混液 10mL でコンディショニングして使用した。

ろ紙：アドバンテック東洋(株)製 ろ紙 5A を使用した。

その他の試薬：残留農薬試験用を使用した。

### 2.3 装置

ガスクロマトグラフ：Varian 社製 CP-3800

質量分析計 (MS/MS)：Varian 社製 1200

ホモジナイザー：Kinematica 社製 PT-MR 3100

### 2.4 測定条件

#### 2.4.1 ガスクロマトグラフ

既報<sup>2),3)</sup>に基づき次のとおりとした。

注入口温度：250

カラム：J&W Scientific 社製 DB-5MS (0.25mm i.d. × 30m, 0.25μm)

カラム温度：50 (1min) - 25 /min - 125 (0min) - 10 /min - 300 (10min)

キャリアーガス流量：1mL/min (ヘリウム)

注入量：2μL (スプリットレス)

#### 2.4.2 質量分析計

イオン化電流：150μA

イオン化モード (電圧)：EI (70 eV)

イオン源温度：225

インターフェース温度：250

その他の条件：表 1 に示す。

### 2.5 試験溶液の調製

通知法<sup>1)</sup>に示された「GC/MS による農薬等の一斉試験法 (農産物)」に基づき次のとおり行った。

#### 2.5.1 抽出

##### 1) 玄米および大豆

試料 10g に水 20mL を加え 15 分間放置した。アセトニトリル 50mL を加えホモジナイズした後，上澄み液をろ紙でろ過した。残留物にアセトニトリル 20mL を加え再度ホモジナイズし，ろ過した後，ろ液を合わせアセトニトリルで 100mL に定容した。そのうち 20mL に塩化ナトリウム 8g および 0.5mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) 20mL を加えて 10 分間振とうし，静置した。アセトニトリル層にアセトニトリル飽和 n-ヘキサンを加え振とう後，再びアセトニトリル層を採取し，無水硫酸ナトリウムを加えて脱水ろ過した。ろ液を 40 以下で濃縮して溶媒を留去し，残留物にアセトニトリルおよびトルエン (3:1) 混液 2mL を加えて溶かし抽出液とした。

##### 2) ほうれんそうおよびオレンジ

試料 20g にアセトニトリル 50mL を加えホモジナイズした後，上澄み液をろ紙でろ過した。残留物にアセトニトリル 20mL を加え再度ホモジナイズしてろ過した後，ろ液を合わせアセトニトリルで 100mL に定容した。うち 20mL に塩化ナトリウム 8g および 0.5mol/L リン酸緩衝液 (pH7.0) 20mL を加えて 10 分間振とうした。静置後，アセトニトリル層に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水ろ過した。ろ液を 40 以下で濃縮して溶媒を留去し，残留物にアセトニトリルおよびトルエン (3:1) 混液 2mL を加えて溶かし抽出液とした。

#### 2.5.2 精製

GC/NH<sub>2</sub> ミニカラムに抽出液を注入した後，アセトニトリルおよびトルエン (3:1) 混液 20mL を注入し，全抽出液を 40 以下で濃縮して溶媒を留去した。残留物をアセトンおよび n-ヘキサン (1:1) 混液 1mL (ほうれんそうおよびオレンジは 2mL) に溶かして試験溶液とした。

## 3 結果および考察

### 3.1 GC MS/MS 条件の検討

10mg/L とした各化合物を電子イオン化 (EI) により SCAN モードで測定したところ，トリデモルフはピーク

がブロードしており、またピレトリンはピークが得られなかったが、それ以外の 62 化合物について良好なクロマトグラムを得た。これら 62 化合物において、強度が高いイオンをプレカーサーイオンとし、プレカーサーイオンに対して PRODUCT SCAN モードでコリジョンエネルギーを -5 ~ -45eV の範囲で変化させ、1mg/L とした各化合物を測定し、相対的に最も高い感度が得られたプロダクトイオンをモニターイオンとした。なお、モニターイオンは検出感度を上げるため保持時間の違いにより 5 つのグループに区切って測定した。各化合物の保持時間および測定条件を表 1 に示す。

### 3.2 定量下限および検量線

GC-MS/MS に標準溶液 2 $\mu$ L を注入し、得られたクロマトグラムから S/N=10 となる溶液濃度を求め試料中濃度に換算して定量下限とした。測定条件を設定した 62 化合物の定量下限は表 1 に示すとおり <0.001 ~ 0.59ppm であり、一律基準である 0.01ppm を満足するものは 60 化合物であった。各化合物の検量線は 0.02 ~ 0.5 $\mu$ g/mL の濃度で相関係数は 0.988 ~ 1.000 と概ね良好な直線性を示した。

### 3.3 添加回収試験

玄米、大豆、ほうれんそうおよびオレンジに各化合物を 0.10 $\mu$ g/g 添加し回収試験を行った結果を表 2 に示す。回収率が 70 ~ 120% の範囲で良好に回収されたものは、

玄米で 47 化合物、大豆で 37 化合物、ほうれんそうで 50 化合物、オレンジで 54 化合物であった。また、すべての農産物で 50% 以上回収されたものは 49 化合物で、これらの相対標準偏差 (RSD) は概ね 20% 未満であった。なお、いずれの化合物についても定量に支障を与えるような夾雑ピークはほとんど見られなかった。

また、回収率が低い化合物について考えられる要因を表 3 に列記する。アセトニトリル/n-ヘキサン分配での n-ヘキサンへの移行、操作中の標準品の分解などが主な要因と考えられた。

## 4 まとめ

通知法<sup>1)</sup>の「GC/MS による農薬等の一斉試験法 (農作物)」に示してある対象農薬のうち、検討未実施であった 64 化合物について、GC-MS/MS を用いた農産物中の一斉分析法を検討した。定量下限が一律基準 (0.01ppm) を満足し、玄米、大豆、ほうれんそう、オレンジのすべてで当所におけるスクリーニング試験の適用範囲である 50% 以上の回収率が得られたものは 48 化合物であった。本法はピークの判定が容易であり、データ処理や確認試験に要する時間を短縮することができるため、ポジティブリスト制に対応したスクリーニング法として有用であると考えられる。

表 1 各化合物の保持時間、測定条件、定量下限および相関係数

グループ	No.	化合物名	保持時間 (min)	測定条件			定量下限 <sup>2)</sup> (ppm)	相関係数	
				モニターイオン (m/z)		CE <sup>1)</sup> (eV)			
Gr. 1	1.	2,4-ジクロロアニリン	7.217	161	99	-30	0.001	0.999	
	2.	メピンホス	8.146	192	127	-5	<0.001	0.994	
	3.	クロロネブ	9.051	191	113	-15	<0.001	0.999	
	4.	オメトエート	10.026	156	110	-10	<0.001	0.989	
	5.	クローロエトキシホス	10.280	153	125	-5	<0.001	0.998	
	6.	デメトン-S-メチル	10.354	142	79	-10	0.001	0.982	
	7.	エタルフルラリン	10.590	276	202	-10	<0.001	0.997	
	8.	ジクロトホス	10.794	127	95	-25	0.002	0.999	
	9.	ダイアレート	11.120	234	150	-15	<0.001	0.998	
			(異性体 2)	11.350	234	150	-15	<0.001	0.998
	10.	ホレート	11.134	121	65	-6	<0.001	0.998	
Gr. 2	11.	フリラゾール	11.603	220	83	-10	0.001	0.999	
	12.	クローロプファム	11.731	127	65	-20	0.001	0.999	
	13.	プロバジン	11.807	214	172	-10	<0.001	0.996	
	14.	ジオキサチオン	11.911	125	97	-3	0.005	1.000	
	15.	ピロキロン	12.152	173	130	-15	0.001	0.997	
	16.	プロヒドロジャスモン	12.362	153	97	-8	0.001	0.991	
			(異性体 2)	12.650	153	97	-8	0.001	0.991
	17.	ジスルホトン	12.359	125	97	-5	0.010	0.988	
	18.	ホルモチオン	12.776	125	93	-10	0.008	0.990	
19.	ベンフレセート	12.944	256	163	-25	0.001	0.998		

(表1の続き)

グループ	No.	化合物名	保持時間 (min)	測定条件		CE <sup>1</sup> (eV)	定量下限 <sup>2</sup> (ppm)	相関係数
				モニターイオン (m/z)				
Gr. 2	20.	ジクロフェンチオン	12.960	279	223	-10	< 0.001	0.998
	21.	フェンクロールホス	13.423	285	240	-25	0.001	0.998
	22.	2-(1-ナフチル)アセタミド	13.683	141	115	-15	0.003	0.993
Gr. 3	23.	テルブトリン	13.758	241	170	-10	< 0.001	0.994
	24.	スピロキサミン	13.466	100	72	-10	0.003	0.980
		(異性体 1)	13.966	100	72	-10	0.003	0.980
		(異性体 2)	13.966	100	72	-10	0.003	0.980
	25.	クロゾリネート	14.802	188	147	-17	< 0.001	0.998
	26.	メカルバム	14.908	131	74	-15	0.003	0.995
	27.	ゾキサミド分解物	15.110	187	159	-15	0.003	0.999
	28.	メトブレン	15.155	153	111	-5	0.001	0.995
	29.	プロモホスエチル	15.257	97	65	-20	0.002	0.999
	30.	プロパホス	15.318	220	125	-20	< 0.001	0.992
	31.	クオルベンシド	15.324	125	89	-20	0.002	0.998
	32.	trans-クオルデン	15.337	375	266	-15	0.001	0.997
	33.	ジスルホトンスルホン	15.460	153	125	-5	0.001	0.994
	34.	cis-クオルデン	15.584	375	266	-15	0.001	0.999
	35.	TCMTB	15.761	180	136	-15	0.003	0.988
	36.	クオルフェンソン	15.785	175	75	-25	0.001	0.998
	37.	カルボキシン	16.157	143	87	-12	0.005	0.968
	38.	イミベンコナゾール脱ベンジル体	16.161	235	166	-15	< 0.001	0.987
	39.	アラマイト	16.010	185	63	-7	< 0.001	0.996
		(異性体 1)	16.060	185	63	-7	< 0.001	0.996
	(異性体 2)	16.060	185	63	-7	< 0.001	0.996	
	(異性体 3)	16.170	185	63	-7	< 0.001	0.996	
	(異性体 4)	16.362	185	63	-7	< 0.001	0.996	
40.	1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4- エチルフェニル)エタン	16.472	223	167	-15	< 0.001	0.997	
41.	フルフェンビルエチル	16.541	408	345	-10	< 0.001	0.994	
Gr. 4	42.	イソキサンジフェンエチル	17.187	165	115	-30	0.006	0.996
	43.	ピペロニルプトキシド	17.882	176	131	-15	< 0.001	0.992
	44.	レスメトリン	17.812	171	128	-10	0.002	0.992
		(異性体 1)	17.932	171	128	-10	0.002	0.992
		(異性体 2)	17.932	171	128	-10	0.002	0.992
	45.	エポキシコナゾール	17.000	192	138	-8	0.001	0.992
		(異性体 1)	18.003	192	138	-8	0.001	0.992
		(異性体 2)	18.003	192	138	-8	0.001	0.992
	46.	ゾキサミド	18.007	187	159	-15	0.001	0.988
	47.	メフェンビルジエチル	18.015	299	253	-10	0.004	0.991
48.	ピコリナフェン	18.429	376	145	-40	< 0.001	0.990	
49.	フェンアミドン	18.585	268	180	-20	0.001	0.992	
50.	テブフェンピラド	18.654	318	131	-15	< 0.001	0.990	
51.	アニコホス	18.683	226	184	-5	< 0.001	0.990	
Gr. 5	52.	アジンホスメチル	19.115	160	77	-10	< 0.001	0.988
	53.	ピリプロキシフェン	19.192	136	78	-20	< 0.001	0.989
	54.	オリザリン	20.042	317	275	-10	0.001	0.997
	55.	スピロジクロフェン	19.891	99	71	-3	0.002	0.993
	56.	フルキンコナゾール	20.295	340	108	-25	0.001	0.996
	57.	エトフェンブロックス	21.360	163	135	-10	0.001	0.996
	58.	フルリドン	21.561	328	259	-35	0.001	0.996
	59.	トラロメトリン	22.848	253	174	-10	0.011	1.000
	60.	イミベンコナゾール	24.105	253	82	-10	0.003	0.994
	61.	シニドンエチル	24.257	358	330	-25	< 0.001	0.999
	62.	フルチアセツトメチル	24.665	403	219	-10	0.059	0.996
測定対象外	63.	トリデモルフ						
	64.	ピレトリン						

1) 1: コリジョンエネルギー

2) 2: &lt; 0.001 は 0.001ppm 以下を示す

表2 各農産物での添加回収試験結果

No.	化合物名	回収率 (%)				判定
		玄米	大豆	ほうれんそ	オレンジ	
1.	2,4-ジクロロアニリン	39.0(3.6)	27.9(6.1)	36.9(6.4)	59.7(7.4)	C
2.	メビンホス	71.6(1.0)	42.0(1.9)	83.3(3.0)	90.8(5.0)	C
3.	* クロロネブ	85.2(0.5)	78.4(1.6)	88.7(4.3)	70.4(3.4)	A
4.	* オメトエート	70.7(3.5)	64.8(1.6)	60.2(2.4)	64.9(7.3)	B-2
5.	* クロルエトキシホス	73.9(2.7)	60.5(0.3)	87.8(6.3)	85.9(2.8)	B-2
6.	デメトン S-メチル	53.4(5.0)	24.3(10.1)	14.9(6.6)	80.2(3.3)	C
7.	* エタルフルラリン	80.5(1.6)	70.5(4.0)	87.1(3.9)	78.3(0.8)	A
8.	* ジクロトホス	107.4(2.6)	105.5(8.0)	90.5(6.3)	92.7(1.0)	A
9.	* ダイアレート	73.6(3.0)	66.9(0.9)	88.7(5.4)	87.9(1.0)	B-2
10.	* ホレート	78.9(3.5)	63.9(3.5)	68.0(2.3)	88.7(3.1)	B-2
11.	フリラゾール	78.5(4.2)	94.6(2.1)	39.3(7.4)	80.3(3.2)	C
12.	* クロルブファム	112.9(4.1)	105.9(3.6)	98.4(4.8)	96.6(3.8)	A
13.	* プロバジン	92.1(0.2)	89.7(3.3)	89.6(5.6)	92.6(4.2)	A
14.	* ジオキサチオン	101.3(2.4)	93.5(2.5)	88.3(2.3)	80.1(2.7)	A
15.	* ピロキロン	114.7(3.0)	116.9(5.2)	97.5(6.6)	97.6(5.1)	A
16.	* プロヒドロジャスモン	85.7(3.6)	74.0(4.5)	75.9(4.7)	88.6(5.3)	A
17.	ジスルホトン	53.3(5.9)	21.2(8.2)	17.2(4.4)	77.8(3.3)	C
18.	ホルモチオン	5.8(1.6)	7.9(3.1)	11.0(1.3)	10.0(3.6)	C
19.	* ベンフレセート	99.1(1.2)	101.4(2.2)	91.3(11.7)	81.4(4.3)	A
20.	* ジクロフェンチオン	79.3(2.1)	68.4(1.8)	89.1(5.9)	82.0(0.5)	B-2
21.	* フェンクロルホス	84.1(4.0)	76.0(2.0)	85.3(3.8)	84.6(5.0)	A
22.	* 2-(1-ナフチル)アセタミド	131.6(4.7)	147.3(12.1)	105.0(7.2)	120.0(1.1)	B-1
23.	* テルブトリン	95.3(1.8)	93.9(2.2)	91.9(5.4)	98.0(2.8)	A
24.	* スピロキサミン	82.0(7.6)	86.1(5.9)	92.4(2.4)	116.4(3.5)	A
25.	クロゾリネート	41.5(2.4)	43.5(2.3)	52.8(2.5)	48.3(11.3)	C
26.	* メカルバム	107.7(4.2)	111.3(5.6)	93.0(7.5)	93.2(9.5)	A
27.	* ゾキサミド分解物	91.5(5.5)	89.4(4.3)	87.5(8.8)	60.5(7.4)	B-2
28.	メトブレン	55.8(3.8)	45.9(0.7)	96.1(4.5)	101.6(5.0)	C
29.	* プロモホスエチル	78.5(4.5)	66.0(2.9)	97.5(5.7)	104.3(5.1)	B-2
30.	* プロバホス	82.7(1.5)	73.3(7.5)	73.9(2.8)	95.3(4.4)	A
31.	* クロルベンシド	80.8(4.5)	63.2(2.8)	87.3(4.2)	95.9(3.2)	B-2
32.	trans-クロルデン	66.7(3.6)	48.3(1.6)	91.0(2.3)	85.2(4.8)	C
33.	* ジスルホトンスルホン体	114.8(2.9)	115.5(7.2)	99.1(5.7)	89.2(7.5)	A
34.	* cis-クロルデン	74.4(0.9)	51.9(5.7)	88.5(7.0)	86.1(8.3)	B-2
35.	TCMTB	65.4(1.9)	25.6(3.1)	73.3(2.0)	100.9(5.5)	C
36.	* クロルフェンソ	101.1(2.7)	94.3(5.8)	90.4(6.0)	92.0(2.5)	A
37.	カルボキシ	31.2(6.6)	14.8(6.9)	2.7(1.0)	59.2(4.9)	C
38.	* イミベンコナゾール脱ベンジル体	133.2(4.0)	114.4(7.0)	80.4(4.3)	119.7(10.4)	B-1
39.	* アラマイト	100.(0.5)	95.8(2.2)	88.6(9.6)	98.7(1.3)	A
40.	* 1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-エチルフェニル)エタン	78.5(3.7)	67.1(1.2)	89.0(8.6)	87.4(4.1)	B-2
41.	* フルフェンピルエチル	88.9(1.3)	93.3(2.5)	86.9(5.6)	80.2(2.8)	A
42.	* イソキサジフェンエチル	108.8(2.7)	112.9(1.6)	92.4(7.3)	96.0(5.6)	A
43.	* ピペロニルブトキシド	87.9(1.7)	86.3(2.6)	87.4(3.9)	94.3(2.7)	A
44.	レスメトリン	26.1(1.1)	61.5(2.1)	6.6(2.4)	88.3(2.9)	C
45.	* エボキシコナゾール	127.7(0.6)	113.1(4.5)	94.9(2.2)	114.2(3.2)	B-1
46.	* ゾキサミド	103.1(0.9)	100.4(4.4)	89.2(5.8)	94.2(1.1)	A
47.	* メフェンピルジエチル	87.0(0.7)	88.3(3.2)	86.3(4.7)	82.8(3.1)	A
48.	* ビコリナフェン	106.5(4.0)	96.0(2.0)	98.6(6.0)	93.9(1.5)	A
49.	* フェンアミドン(フェナミドン)	104.0(1.0)	98.6(3.2)	90.7(3.5)	88.1(5.0)	A
50.	* テブフェンピラド	85.3(4.3)	82.1(1.4)	84.0(8.4)	90.0(3.5)	A
51.	* アニロホス	98.5(2.7)	95.2(2.9)	83.7(8.2)	85.2(2.7)	A
52.	* アジンホスメチル	117.4(2.9)	120.4(4.2)	96.8(2.1)	101.6(3.2)	B-1
53.	* ピリプロキシフェン	100.2(3.5)	90.9(2.4)	93.9(4.3)	117.0(2.8)	A
54.	* オリザリン	96.7(5.2)	57.6(3.0)	71.1(14.7)	81.8(3.2)	B-2
55.	* スピロジクロフェン	72.8(3.2)	71.1(4.3)	58.6(4.5)	51.8(13.9)	B-2
56.	* フルキンコナゾール	117.9(6.9)	117.3(6.9)	94.5(2.0)	106.0(3.7)	A
57.	* エトフェンブロックス	97.8(5.2)	71.6(2.4)	97.5(8.0)	98.7(3.0)	A

(表2の続き)

No.	化合物名	回収率(%)				判定
		玄米	大豆	ほうれんそう	オレンジ	
58.	* フルリドン	138.4(2.8)	123.3(9.4)	93.5(8.9)	109.2(3.1)	B-1
59.	* トラロメトリン	115.4(8.9)	74.7(6.1)	83.7(6.6)	92.2(7.6)	A
60.	* イミベンコナゾール	125.1(1.1)	84.3(9.6)	83.4(11.0)	105.2(4.7)	B-1
61.	シニドンエチル	94.3(12.3)	44.0(2.6)	65.3(13.1)	55.7(1.6)	C
62.	フルチアセットメチル	85.9(12.2)	78.3(9.1)	114.9(20.0)	115.1(13.1)	A
63.	トリデモルフ	-	-	-	-	
64.	ピレトリン	-	-	-	-	
70%以上120%以下の化合物数		47	37	50	54	31(1)
120%を超える化合物数		5	3	0	0	6(2)
50%以上70%未満の化合物数		5	11	5	6	12(3)
50%に満たない化合物数		5	11	7	2	13(4)

1) 数値は n=3 の平均

2) ( ) 内の数値は相対標準偏差

3) 判定は次の基準で示した

A: すべての農作物において回収率が70%以上120%以下, B-1: いずれかの農産物において回収率が120%超,

B-2: いずれかの農産物において回収率が50%以上70%未満, C: いずれかの農産物において回収率が50%未満

4) 1: Aの数, 2: B-1の数, 3: B-2の数, 4: Cの数

5)\*: 定量下限が一律基準(0.01ppm)を満足し, すべての農作物において50%以上の回収率が得られたもの

表3 添加回収率が低い化合物における回収率低下の主な要因

No.	化合物名	回収率低下の主な要因
1.	2,4-ジクロロアニリン	減圧下で揮散しやすい
6.	デメトン-S-メチル	標準品が分解しやすい
9.	ダイアレート	nヘキサンへ20%移行する
17.	ジスルホトン	標準品が分解しやすい
18.	ホルモチオン	GC/NH <sub>2</sub> ヘトラップされる
28.	メトブレン	nヘキサンへ40%移行する
32.	trans-クロルデン	nヘキサンへ20%移行する
34.	cis-クロルデン	nヘキサンへ20%移行する

### 文献

- 1) 厚生労働省通知食安発第0124001号: 食品に残留する農薬, 飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法, 平成17年1月24日
- 2) 久保記久子, 畑野和広: GC/MS/MSによる農産物中の

残留農薬の一斉分析, 福岡市保健環境研究所報, 31, 88-94, 2006

- 3) 畑野和広, 久保記久子: GC/MS/MSによる農産物中の残留農薬の一斉分析( ), 福岡市保健環境研究所報, 32, 89-94, 2007